



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento Industrial  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(21) BR 10 2012 027667-4 A2**

(22) Data de Depósito: 29/10/2012  
(43) Data da Publicação: 17/12/2013  
(RPI 2241)



**(51) Int.Cl.:**  
**B01J 29/04**  
**C01B 39/48**

**(54) Título:** ALUMINA MODIFICADA, PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DA DITA ALUMINA E SEU USO

**(73) Titular(es):** Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ

**(72) Inventor(es):** Carlos André de Castro Pérez, Cristiane de Souza Cardoso, Marcelo Maciel Pereira

**(74) Procurador(es):** Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ

**(57) Resumo:** ALUMINA MODIFICADA, PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DA DITA ALUMINA E SEU USO. A presente invenção descreve um processo de preparação de alumina modificada que consiste da introdução de biomassa de segunda geração no preparo convencional da alumina e que contribui significativamente para obtenção de uma alumina com alta área superficial, com maior volume de micro/meso poros e ainda mais estável a mudanças de textura e de fase quando calcinado em ar, comparada a alumina preparada sem a presença de biomassa. Por fim, a invenção relata ainda o uso da alumina modificada na produção de suportes para catalisadores, aditivos, materiais ópticos, sensores, membranas e adsorventes seletivos.

## Relatório Descritivo

### ALUMINA MODIFICADA, PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DA DITA ALUMINA E SEU USO

5

#### Campo da invenção

A presente invenção pertence ao campo de preparo de alumina, catalisadores e de materiais micro meso estruturados com estrutura hierárquica de poros e propõe um método simples e barato para sintetizar alumina com alta área superficial e volume de poros comparado às rotas convencionais.

10

#### Antecedentes da invenção

Aluminas, composição  $Al_2O_3$ , são sólidos com múltiplas possibilidades de fase, textura, arranjo de cristais e de coordenação do átomo de alumínio na rede do cristal. Se, por um lado, estas características dificultam uma total compreensão de algumas características físico-químicas (WEFERS, 1987), por outro possibilitam que novos estudos e materiais baseados na alumina sejam realizados. Um típico exemplo da complexidade da alumina é o problema da mudança de fase, uma bayerita se transforma primeiramente em boemita, se transformando sequencialmente em gama alumina, delta alumina, theta alumina até atingir a fase mais estável, denominada de alfa alumina (Tabela 1).

15

20

Tabela 1: Faixa de temperatura das mudanças de fases da alumina (Wefers, 1987).

Temp. °C	150	150-450	450-770	770-920	920-1050	1050
Fases	Bayerita	Boemita	Gama alumina	Delta alumina	Theta alumina	Alfa alumina

25

Este processo de transição da alumina pode ser influenciado, por exemplo, pelo tamanho de cristalitos e pela presença de fatores relacionados a entropia, o que dificulta uma compreensão completa do fenômeno. A adição de um outro componente ao sistema, como no caso da presente invenção, pode alterar algumas das suas propriedades, levando a produção de aluminas com propriedades específicas para uma determinada aplicação.

30

Na síntese de aluminas, utilizam-se diversos tipos de precursores como hidróxidos, sulfatos, cloretos, nitratos para se obter como produto final  $Al_2O_3$ . Para produção de aluminas, os hidróxidos e sais de alumínio são os mais utilizados, os quais, após

tratamento térmico, transformam-se em óxidos de alumínio ou alumina, com diferentes estruturas, morfologias e distribuição granulométricas. O processo usual de síntese pode ser realizado conforme metodologias descritas a seguir:

5 Para o preparo da gama alumina pode-se utilizar como precursor cloreto de alumínio. O processo consiste, inicialmente, em dissolver  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  em  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  (95%). A solução de  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  é adicionada gota a gota, sob agitação em solução de  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , produzindo um precipitado branco gelatinoso de  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , que a seguir é filtrado e lavado com  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  (95%). Posteriormente, o mesmo é seco durante 2 h a 373K e calcinado a certa temperatura durante 2 h (SHAOYAN WANG, X. L., 2008).

10 Outra metodologia referenciada na literatura é utilizar como precursor o nitrato de alumínio. Esta metodologia consiste em dissolver o nitrato de alumínio em água sob adição controlada de  $\text{NH}_4\text{OH}$ , mantendo a temperatura de 363 K. O precipitado é lavado com água quente e filtrado sob vácuo. A torta é peptizada com  $\text{HNO}_3$  a pH 3,5 e envelhecida durante 24 h. Posteriormente, a torta é aquecida a 323 K para se obter um gel transparente. Em seguida, o gel é calcinado na temperatura de 473K durante um período de 8 h. (T. V. MANI, P. K. 1994).

20 Uma propriedade bastante importante perseguida nos materiais, particularmente naqueles que se destinam a aplicação em catálise, é a presença de um sistema que combine alta área superficial com volume e tamanho de poros maiores. Estes materiais mesoestruturados com arranjo periódico de poros têm recebido atenção considerável, desde a sua descoberta em 1992, e têm encontrado aplicações nas áreas mais diversas, como por exemplo: suportes para catalisadores, materiais ópticos, sensores, membranas e adsorventes seletivos. Os materiais com poros 25 hierarquicamente estruturados são de grande importância para a catálise, pois o controle preciso da estrutura porosa em diferentes escalas de tamanho ou mesmo a existência de poros maiores podem auxiliar a reduzir ou controlar as limitações de transporte de massa aos sítios do catalisador. Sólidos com controle de porosidade nas dimensões micro- (< 2 nm) e mesoporosa (entre 2-50 nm) podem apresentar 30 uma elevada área superficial e se diferenciam de sólidos porosos convencionais por apresentar desempenho destacado, atribuído a uma melhor acessibilidade dos reagentes aos sítios ativos e a uma maior difusão dos compostos químicos no sistema de poros. Um exemplo destas propriedades específicas pode ser encontrado em trabalhos recentes na literatura científica (LOUIS, B. *et al.*, 2011; 35 JIANHUA YANG, S. Y., 2011).

A obtenção de novos materiais e catalisadores com estrutura hierárquica de poros é um assunto recente na literatura através da utilização de novos direcionadores (F. OCAMPO, J. A. *et al.*, 2010; MARTINS, L. *et al.*, 2010; Germani, G. *et al.*, 2007; Arichi, J., Louis, B., 2008; Chaumonnot, A. *et al.*, 2009). A estrutura de alumina porosa pode ser alcançada ao se alterar alguns dos parâmetros de preparo, principalmente, tipo e quantidade de orientador molecular. Diversos artigos técnicos estão focados em modificar aluminas pela adição de direcionadores supramoleculares na etapa de preparo, alcançando uma melhor atividade, seletividade e estabilidade em diversos processos catalíticos. LEANDRO MARTINS (2010) descreve que uma combinação de direcionadores moleculares e co-surfactante, na presença de iso-propóxido de alumínio, produz, por exemplo, uma alumina com alta área específica contendo meso e macro poros.

Outra linha de atuação é fazer uma reação de grafitização da alumina na parede de materiais com macro/mesoporosidade (A. SACHSE, V. H., 2011) ou a utilização de uma estrutura molecular de sacrifício que, após a queima, deixe um sistema de poros livres. Porém, vale destacar que direcionadores supramoleculares são reagentes caros, o que dificulta sua aplicação em escala industrial, sobretudo em processos básicos da refinaria, como o craqueamento catalítico fluidizado (FCC), o hidrotratamento, dentre outros, que exigem uma limitação do custo do catalisador.

Esta invenção propõe uma modificação inovadora no campo tecnológico e científico, por preparar uma gama alumina com alta área superficial e grande volume de poros utilizando, na etapa de preparo, a biomassa de segunda geração.

A utilização de carboidratos no preparo de zeólitas com estrutura hierárquica de poros já foi objeto de patente. Nos casos dos documentos de patentes EP1882676 e US7824657, utiliza-se uma solução de carboidrato, que é adicionada diretamente na etapa de preparo, e difere da presente invenção que utiliza a biomassa em fase sólida.

A gama alumina descrita nesta invenção teve um aumento da área da ordem de três vezes e ainda apresentou uma mesma estabilidade térmica que a preparada pelo método convencional. Além disso, a gama alumina obtida apresentou a mesma distribuição das espécies de alumínio (tetraédrica e octaédrica), mas teve uma contribuição de planos cristalinos diferente, o que poderia explicar uma alteração no posicionamento dos cristais e, por conseguinte, a elevada área e volume de poros observados. Este aumento na área e no volume de poros vai influenciar positivamente na aplicação desta alumina para diversas reações, uma vez que o aumento da área específica possibilita mais sítios ativos por grama de suporte.

Do ponto de vista tecnológico, a invenção ainda apresenta a vantagem de utilizar um componente de baixo custo, o bagaço de cana-de-açúcar, que pode ser adicionado ao sistema no mesmo reator e nas condições usuais de preparo. Controlar estas propriedades é altamente desejável e estratégico, principalmente, quando se utiliza um material de sacrifício de fácil acesso, o bagaço de cana-de-açúcar, e que ainda fornece parte da energia necessária ao processo final de produção do catalisador, a etapa de calcinação da alumina, contribuindo assim para a mitigação das emissões de CO<sub>2</sub>.

Do ponto de vista científico, a adição da biomassa atua como um direcionador supramolecular, se diferenciando dos trabalhos que adicionam componentes na etapa de preparação como um simples agente de sacrifício que gera os microporos durante a etapa de calcinação. Na presente invenção, o efeito promotor observado pela adição da biomassa ao preparo da alumina está relacionado a um favorecimento do crescimento dos cristais em uma determinada direção, o que por fim, leva a melhorias das propriedades texturais observadas.

### **Sumário da invenção**

Esta invenção propõe uma modificação inovadora por preparar uma alumina com alta área superficial e grande volume de poros utilizando na etapa de preparo uma biomassa de segunda geração. A invenção ainda descreve a dita alumina modificada e seu uso.

### **Breve Descrição das Figuras**

Na Figura 1 estão contidos os resultados das análises termogravimétricas indicando a ausência de compostos de carbono no suporte após calcinação.

Na Figura 2 estão os resultados da análise por difração de raios-x aonde se observa a formação da fase gama e ainda uma diminuição da intensidade do pico correspondente ao plano (2,2,2) e a definição do plano (1,1,1) em relação a alumina convencional, confirmando assim o efeito da biomassa sobre o crescimento dos cristais da alumina.

Na Figura 3, pelos resultados da análise por difração de raios-x, após tratamento térmico a 973K por 12 h em ar, observa-se o início da transição da fase (4,0,0). O

mesmo não acontece com a alumina com biomassa na proporção de biomassa/massa gel 1:10, que nas mesmas condições de temperatura da alumina convencional resiste mais à mudança de fase.

- 5 A Figura 4 apresenta os dados da análise por adsorção e dessorção de nitrogênio para a alumina 1:10 (biomassa/gel) e o preparo convencional. Observa-se um acentuado aumento no volume de poros, mas com a distribuição do tamanho de poros pouco alterada para a alumina preparada na presença de biomassa. Alguns poros maiores, acima de 3nm, são formados.

10

Na Figura 5 os resultados da análise por microscopia eletrônica de varredura – MEV – indica um aspecto rugoso nas imagens da superfície do suporte, semelhante na escala de medida para as diversas aluminas preparadas.

- 15 Na Figura 6 estão os resultados de difração de raios-x após tratamento hidrotérmico a 993 K por 2 h em vapor de água. Observa-se que ocorreu uma maior cristalização dos planos da alumina 1:10 (biomassa/gel) em relação ao preparo convencional.

- 20 A Figura 7 mostra a distribuição de poros da alumina convencional e com adição do sólido da biomassa hidrolisada após calcinação em ar a 600°C por 2 h. Nesta figura, observa-se o aumento do volume de poros e da concentração do raio médio de poros: mudança de aproximadamente 3nm para 5 nm, quando se introduz a biomassa modificada pelo tratamento de hidrólise em meio alcalino.

## 25 **Descrição Detalhada da Invenção**

### **Preparo da gama alumina utilizando a adição de biomassa in natura ao meio sol-gel**

- 30 O preparo da alumina consistiu inicialmente em dissolver 2,0 a 2,5 mg de alumina bayerita em 5 a 10 mL de água deionizada. Foram adicionados 0,200 a 0,500 mg de bagaço de cana-de-açúcar "in natura" ao gel formando uma mistura em proporção de massa de biomassa/massa do gel na faixa entre 1/1 e 1/20, preferencialmente em torno de 1/10.

- 35 Embora a matéria prima de sacrifício usada tenha sido o bagaço de cana-de-açúcar, outras biomassas de segunda geração podem ser igualmente utilizadas, tendo em vista a semelhança em termos de composição lignina-hemicelulose-celulose.

Destacam-se assim, como exemplos, o capim elefante; o pinhão manso; resíduos da indústria sucroalcooleira, como palha da cana-de-açúcar e cascas de fruta; resíduos da poda de jardins e parques, como galhos de árvores e poda de grama; fibra de coco e algas de diversas espécies.

- 5 Esta mistura foi transferida para uma autoclave e mantida por 12h na temperatura entre 373K e 473K, preferencialmente em 423K, e em pressão endógena. A seguir, o sólido foi removido, filtrado e lavado com água deionizada e, posteriormente, seco por 15h em 373K. Por fim, o sólido foi calcinado em ar na temperatura de 873K por 2h utilizando-se uma mufla. A alumina obtida foi caracterizada por difração de raios-
- 10 X, microscopia eletrônica de varredura, 27AlNMR termogravimetria e análise de adsorção e dessorção de nitrogênio.

**Preparo da gama alumina utilizando a adição de biomassa previamente hidrolisada em meio alcalino ao meio sol-gel**

- 15 O preparo da alumina com o sólido hidrolisado do bagaço de cana-de-açúcar consistiu inicialmente em hidrolisar a fibra da biomassa, adicionando 20 mL de solução de NaOH (0,5 M) e 1,0 g de bagaço de cana-de-açúcar em um balão de fundo chato com refluxo, aquecido em banho de óleo a 403K por 1h. Em seguida, a fibra foi filtrada, lavada com água deionizada e seca a 383K por uma noite.
- 20 Após a etapa de preparo da fibra, dissolveu-se 2,0 mg de alumina bayerita em 5 mL de água deionizada e adicionou-se 0,200 mg da fibra pré-tratada. Esta mistura foi transferida para um autoclave e mantida por 12h na temperatura de 503 K em pressão endógena. A seguir, se removeu o sólido e foi realizada a filtração e lavagem com água deionizada. Por fim, o sólido passou por etapa de secagem por
- 25 15h em 373K e foi calcinado em ar na temperatura de 873K por 2h, utilizando-se uma mufla. A alumina obtida foi caracterizada por difração de raios-x e análise de adsorção e dessorção de nitrogênio.

**Exemplo 1- Boemita padrão convertida em gama alumina denominada de alumina convencional**

30

O preparo da alumina padrão consistiu inicialmente em dissolver 2,0 mg de alumina bayerita em 5 mL de água deionizada. Em seguida, a mistura foi transferida para uma autoclave e mantida por 12h na temperatura de 503 K em pressão endógena. A seguir se remove o sólido, filtra-o e lava-o com água deionizada, posteriormente o



mesmo é seco por 15h em 373K. Por fim, o sólido é calcinado em ar na temperatura de 873K por 2h utilizando-se uma mufra. A alumina obtida foi caracterizada por difração de raios-x, microscopia eletrônica de varredura, 27AlNMR e análise de adsorção e dessorção de nitrogênio.

5

**Exemplo 2 - Características texturais da gama alumina com alta área e volume de poros em relação a alumina convencional do exemplo 1**

Foi realizada a análise de adsorção e dessorção de nitrogênio para avaliação das características texturais da gama alumina convencional, com hidrolisado da biomassa e com adição de biomassa nas proporções em biomassa /massa gel entre 1:1 e 1:20.

A alumina resultante foi calcinada em uma ampla região de temperatura na faixa de 673-1173K, especificamente na temperatura de 873 e 973K, tendo em vista a obtenção da alumina na fase gama. Após calcinação a 873K, foi observado um elevado aumento na área superficial (cerca de 3 vezes) e no volume de poros (cerca de 2 vezes) em relação a alumina preparada pelo método convencional e descrita no exemplo 1 desta invenção, conforme demonstrado na Tabela 2 e na Figura 1.

Os resultados foram calculados pelo método BJH.

Tabela 2: Características texturais da gama alumina convencional, com hidrolisado da biomassa e com adição da fibra da biomassa com e sem pré-tratamento.

Temperatura de Calcinação	Amostra (biomassa/gel)	Área específica (m <sup>2</sup> /g)	Volume de poro (cm <sup>3</sup> /g)
600°C por 2h em ar	CONVENCIONAL	87,9605	0,214435
	CONVENCIONAL – H	93,2178	0,247178
	BOEBAG 1:1	264,5014	0,434185
	BOEBAG 1:5	304,4682	0,349195
	BOEBAG 1:10	305,3161	0,36283
	BOEBAG 1:15	272,5845	0,351079
	BOEBAG 1:20	284,0797	0,352055
	BOEBAGH 1:10	218,4104	0,363797



**Exemplo 3 – Síntese da gama alumina com adição do hidrolisado da biomassa: amostra Convencional – H**

Foi também preparada uma alumina, adicionando-se ao gel de preparo uma solução  
5 contendo compostos químicos oriundos da biomassa. Esta solução foi obtida submetendo-se a biomassa a um pH igual a 10, nas mesmas condições de tempo e temperatura do preparo da alumina padrão, para testar o efeito do material hidrolisado sobre o preparo da alumina. Sob estas condições, existe a hidrólise da biomassa, formando compostos no meio aquoso contendo derivados da  
10 hemicelulose e da lignina (CUNHA, J. A., 2007).

Assim, testou-se neste exemplo, o efeito dos diversos compostos provenientes da hidrólise do bagaço no preparo da alumina, não sendo verificada nenhuma influência significativa nas propriedades da alumina obtida, conforme apresentado na tabela 2. Esta experiência foi importante por diferir o efeito nas propriedades texturais da  
15 alumina pela presença de carboidratos e outras espécies químicas no preparo da mesma. A presença de açúcares no preparo de alumina já foi objeto de outras patentes discutidas anteriormente nesta invenção. Fica claro que o efeito observado sobre a textura da alumina, pela adição do bagaço de cana-de-açúcar, se deve a presença da fibra ou bagaço em fase sólida (conforme mostra a figura 7) e não  
20 somente pelos compostos resultantes da hidrólise da biomassa, como açúcares e derivados da hidrólise total ou parcial da lignina, hemicelulose e celulose. Obviamente, durante o preparo da alumina, existe uma hidrólise parcial do bagaço, cujos produtos sozinhos não podem responder pelo aumento da área e do volume de poros da alumina quando comparado ao método convencional.

25

**Exemplo 4 - Análise de 27AlNMR**

Após a etapa de preparo da boemita, realiza-se uma etapa de tratamento térmico em mufla a alta temperatura para queimar todo o resíduo de biomassa de acordo com os dados de termogravimetria ilustrados na Figura 2, que não indicaram a  
30 queima de compostos de carbono depois da etapa de calcinação, ou seja, não se observa perda de massa. Obviamente, em função da temperatura de calcinação, a alumina muda de fase e, na temperatura escolhida, obteve-se a fase gama alumina.

As aluminas obtidas em presença de biomassa, como ilustrado nos resultados de difração de raios-x (Figura 3), apresentaram as mesmas fases do método  
35 convencional (JCPD 01-074-1895) e os resultados de 27AlNMR (Tabela 4),

demonstrando o mesmo posicionamento do alumínio nos sítios tetraédricos e octaédricos da alumina convencional e da alumina sintetizada com biomassa nas proporções em biomassa/ massa gel 1:5 e 1:10.

Tabela 3: Análise de  $^{27}\text{Al}$ NMR: Porcentagem de alumínio tetraédricos e octaédricos no suporte.

Gama alumina (calcinação a 600°C por 2h)	% Tetraédrico	% Octaédrico
Convencional	30.05	69.95
Proporções em massa gel/biomassa 1:5	29.54	70.46
Proporções em massa gel/biomassa 1:10	29.14	70.86

**Exemplo 5 – Estudo de estabilidade térmica das aluminas preparadas pelo método convencional e na presença de bagaço de cana-de-açúcar**

- 10 A alumina sintetizada na presença de bagaço de cana-de-açúcar também mostrou maior estabilidade térmica frente à mudança de fase quando comparada à alumina obtida pelo método convencional sem biomassa. A condição escolhida de calcinação foi de 973 K por 12h. Houve maior retenção de área e também os dados de difração de raios-X apresentados ratificam os resultados de estabilidade térmica. Na Figura
- 15 4, a alumina convencional inicia a mudança mais facilmente do que a preparada na presença de biomassa. Ou seja, observa-se uma divisão do plano (4,0,0), enquanto na presença de biomassa não se observa a divisão. Atribui-se este resultado ao crescimento dos cristais na direção preferencial (1,1,1), portanto, com aumento da resistência a mudança de fase do plano (4,0,0).
- 20 A adição de componentes estranhos ao sistema (como a biomassa) pode influenciar sobremaneira na agregação e arranjo diferenciado dos cristais (do gel), portanto, seria um tipo de orientador supramolecular. De fato é o que se observa, pois a intensidade dos planos (1,1,1) e (3,1,1) são ligeiramente maiores na presença de biomassa, devido a orientação preferencial dos planos cristalinos (Figura 4)
- 25 comparada a alumina convencional. Este fato deve ser o responsável pelo elevado ganho de área e de volume de poros e também pelo aumento da resistência a mudança de fase. Com um tratamento a uma temperatura maior, 973 K por 12

horas, a alumina preparada Boebag 1:10 ainda mostra alta área específica e retenção do volume de poros. O papel da biomassa é relacionado a um tipo de direcionador supramolecular capaz de influenciar drasticamente nas propriedades da alumina por alterar o crescimento dos cristais em uma determinada direção.

- 5 Finalmente, visualiza-se através das imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figura 5) a superfície rugosa do suporte que parece ser semelhante para todos os casos.

#### **Exemplo 6 – Estudos de estabilidade hidrotérmica**

- 10 No estudo de estabilidade térmica, as aluminas preparadas foram previamente pesadas, aproximadamente 300mg, e distribuídas uniformemente em uma mufla. Através de uma bomba (Pump drive PD5001 Heidolph), na velocidade 18, o interior da mufla foi mantido com 100% de vapor de água por 2 horas a 993K. A vazão calculada foi de 1ml/mim. Enquanto a alumina obtida pelo método convencional
- 15 mostrou uma área de 37 m<sup>2</sup>/g, a Boebag 1:10 mostrou uma área maior do que 100 m<sup>2</sup>/g e o volume de poros também foi maior (Tabela 5). Os resultados foram calculados pelo método BJH.

Tabela 4. Análise de adsorção e dessorção de nitrogênio: Características texturais da gama alumina convencional e com adição de biomassa nas proporções em

20 biomassa/massa gel 1:10 após tratamento hidrotérmico.

<b>Temperatura de Calcinação</b>	<b>Amostra (gel/biomassa)</b>	<b>Área específica (m<sup>2</sup>/g)</b>	<b>Volume de poro (cm<sup>3</sup>/g)</b>
720°C por 2h com vapor de água	Convencional	37,5457	0,180923
	Boebag 1:10	102,7853	0,287510

## **REIVINDICAÇÕES**

- 1 – Processo para preparação de alumina modificada caracterizado pela introdução de biomassa de segunda geração no preparo da alumina, compreendendo as seguintes etapas:
- 5 a) dissolução de 2,0 a 2,5 mg do precursor da alumina, em 5 a 10 mL de água deionizada originando o gel;
- b) adição de 0,200 a 0,500 mg de biomassa de segunda geração ao gel formando uma mistura em proporção de massa de biomassa/massa do gel na faixa entre
- 10 1/1 e 1/20, preferencialmente em torno de 1/10;
- c) autoclavagem da mistura por 12h na temperatura entre 373K e 473K, preferencialmente em 423K e em pressão endógena;
- d) a seguir, ocorre a remoção do sólido contendo cristalitos de alumina e a biomassa residual, posterior filtração, lavagem com água deionizada e
- 15 secagem por 15h em 373K;
- e) calcinação do sólido em ar na temperatura de 873K por 2h, utilizando-se uma mufla.
- 2 – Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pela** alumina modificada encontrar-se em fase alfa alumina, gama alumina, delta alumina ou theta
- 20 alumina, ou mistura destas fases.
- 3 – Processo, de acordo com as reivindicações 1 e 2, **caracterizado pela** dita alumina ser preparada na presença de um suporte compreendido entre o grupo de terras diatomácea, caulim, sílicas meso-porosas e alumino-silicatos.
- 4 – Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pela** biomassa de
- 25 segunda geração ser introduzida em qualquer momento do preparo, ou seja, antes ou durante a etapa de autoclavagem.
- 5 – Processo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado pela** biomassa de segunda geração ser adicionada *in natura* ou submetida a um tratamento prévio de hidrólise.
- 30 6 – Processo, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado pela** biomassa de segunda geração ser um material lignocelulósico, ou seja, conter na sua composição os biopolímeros encontrados usualmente na natureza, a saber, celulose, hemicelulose e lignina.
- 7- Processo, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado pela** biomassa de
- 35 segunda geração ser proveniente da indústria de cana-de-açúcar, da indústria madeireira, da indústria de produtos alimentícios, da poda de jardins e parques e da plantação com destinação para tal fim.

- 8 – Processo, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado pela** biomassa de segunda geração estar compreendida entre o grupo do capim elefante, pinhão manso, palha da cana-de-açúcar, cascas de fruta, galhos de árvores, poda de grama, fibra de coco e algas de diversas espécies.
- 5 9 – Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado pela** biomassa de segunda geração ser preferencialmente o bagaço de cana-de-açúcar.
- 10 – Alumina modificada **caracterizada por** conter alta área, volume de poros e resistência hidrotérmica preparada pelo processo descrito em qualquer uma das reivindicações 1 a 9.
- 10 11 – Uso da alumina modificada, conforme definida na reivindicação 10, **caracterizada por** ser empregada para a produção de suportes para catalisadores, materiais ópticos, sensores, membranas e adsorventes seletivos.

## FIGURAS

Figura 1

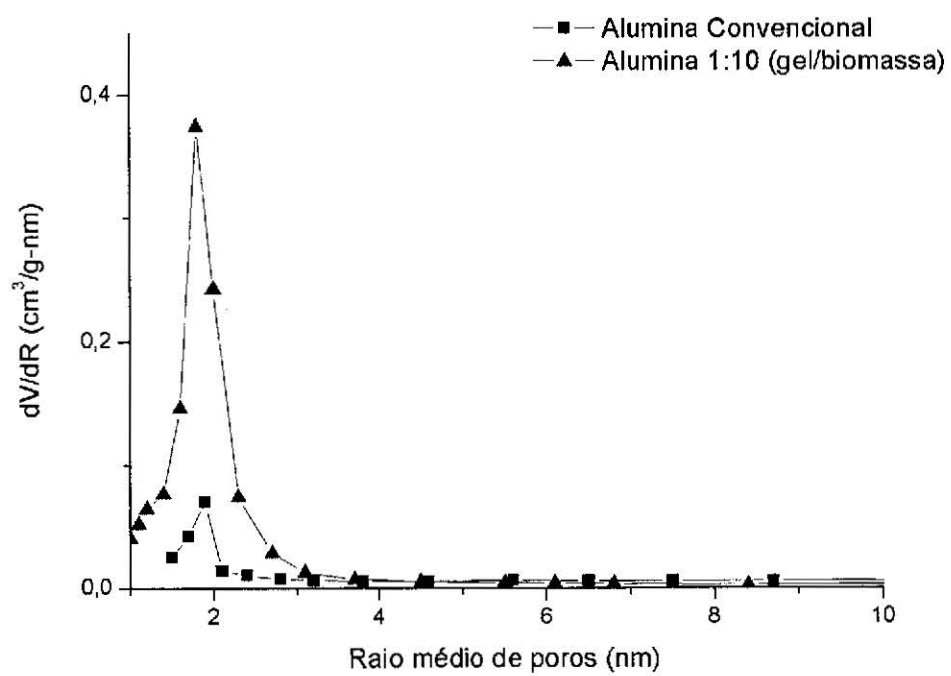
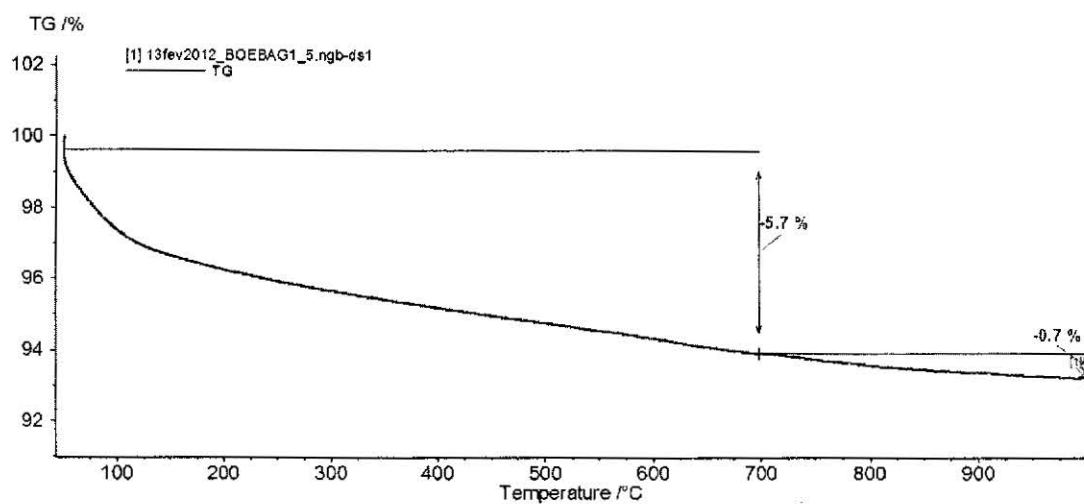


Figura 2

a)



b)

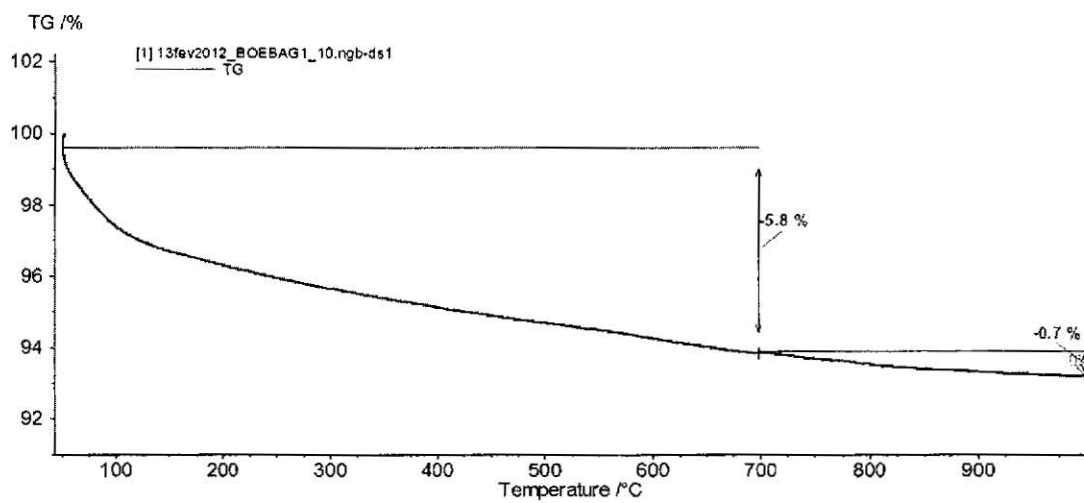




Figura 3

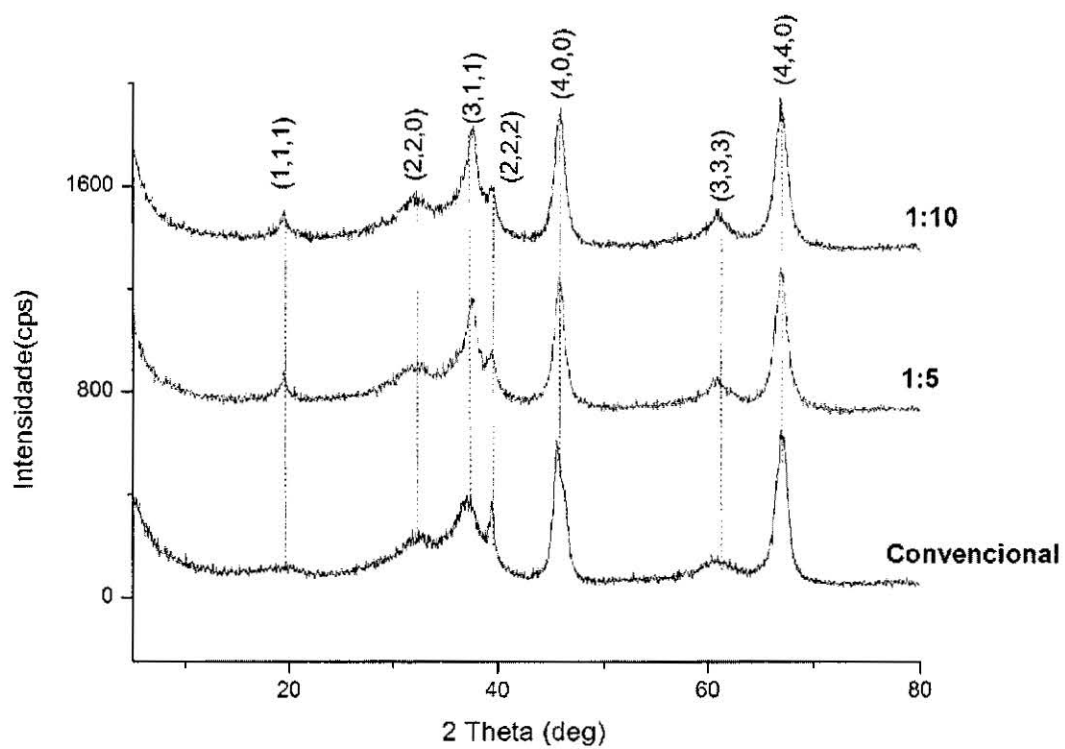


Figura 4

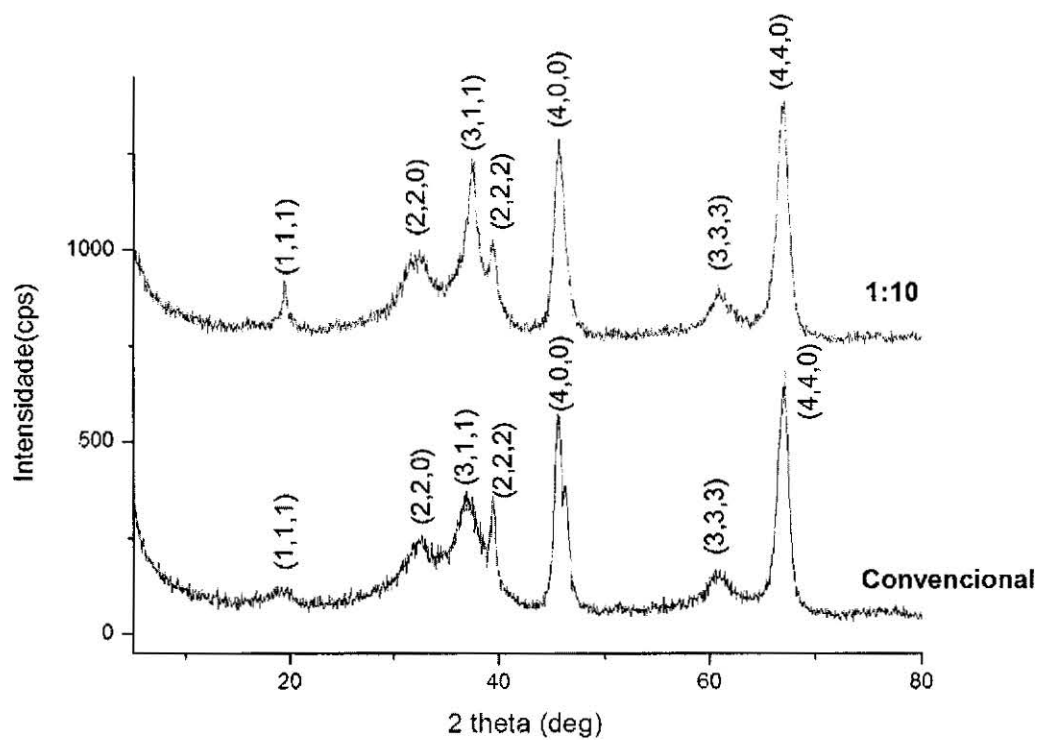
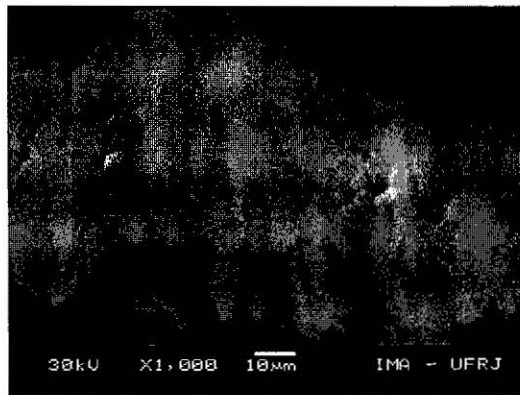
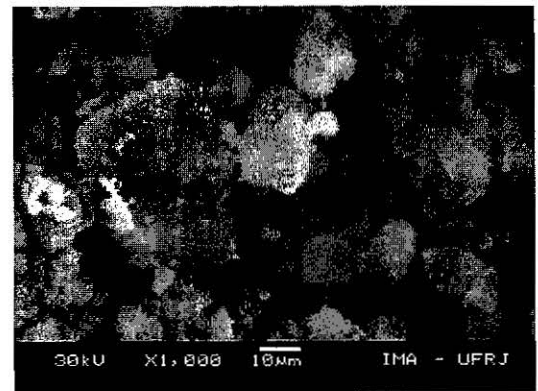


Figura 5

a)



b)



c)

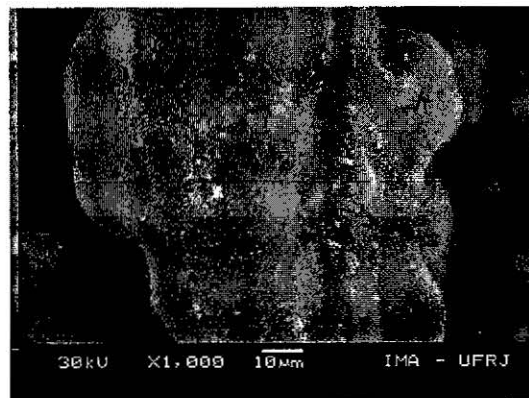


Figura 6

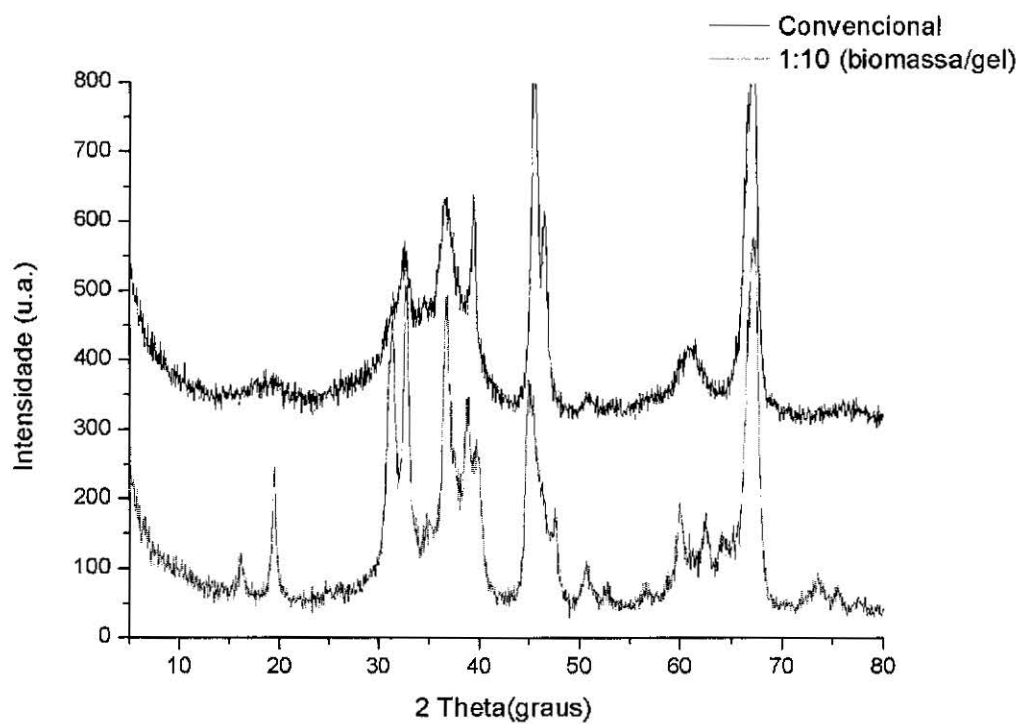
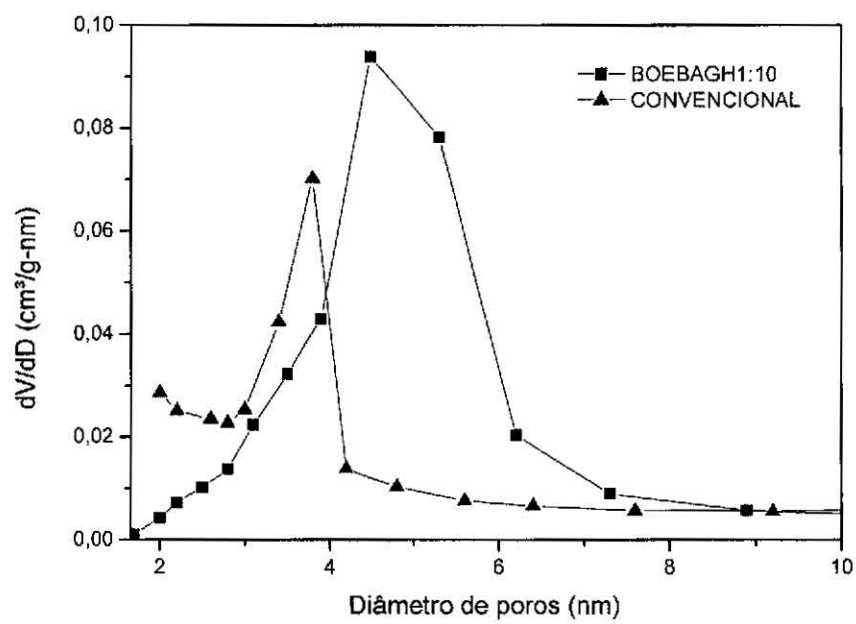


Figura 7



### **Resumo**

#### **ALUMINA MODIFICADA, PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DA DITA ALUMINA E SEU USO**

- 5 A presente invenção descreve um processo de preparação de alumina modificada que consiste da introdução de biomassa de segunda geração no preparo convencional da alumina e que contribui significativamente para obtenção de uma alumina com alta área superficial, com maior volume de micro/meso poros e ainda mais estável a mudanças de textura e de fase quando calcinado em ar, comparada a alumina
- 10 preparada sem a presença de biomassa. Por fim, a invenção relata ainda o uso da alumina modificada na produção de suportes para catalisadores, aditivos, materiais ópticos, sensores, membranas e adsorventes seletivos.